

理研NMR施設利用報告書

(トライアルユース)

12-500-035

平成 25 年 7 月 12 日

利用機関名	ヤマハ発動機株式会社	
実施部署名	技術本部 研究開発統括部 SPプロジェクト推進G	
実施責任者管理職名・氏名	主査 / 新井 寿一	
実施部署所在地	静岡県磐田市新貝 2 5 0 0	
実施部署連絡先		
利用課題名	固体NMRによるリチウム電池用正極材料の解析	
利用目的・内容	リチウム電池に用いられる遷移金属リチウム複合酸化物におけるリチウムの固体 NMR におけるケミカルシフトを計測し、遷移金属によるケミカルシフトへの影響を調べる。	
利用実施時期及び期間	平成 24 年 12 月 18 日～平成 25 年 3 月 31 日 当初計画どおり (変更理由)	
利用施設	NMR 装置 (該当部分に○)	利用装置① ・ (☒) 400MHz、(☐) 600MHz、(☐) 700MHz、(☐) 800MHz、 (☐) 900MHz (☐) 低温プローブ付 (☒) 固体プローブ付 (☐) サンプル チェンジャー付 利用期間 1 : 平成 24 年 12 月 18 日～平成 24 年 12 月 19 日 利用期間 2 : 平成 25 年 1 月 16 日～平成 25 年 1 月 22 日 利用期間 3 : 平成 25 年 2 月 27 日～平成 25 年 3 月 3 日

		利用装置② ・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付 利用期間1：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間2：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間3：平成 年 月 日～平成 年 月 日
		利用装置③ ・ ()600MHz、()700MHz、()800MHz、()900MHz ()低温プローブ付 ()固体プローブ付 ()サンプルチェンジャー付 利用期間1：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間2：平成 年 月 日～平成 年 月 日 利用期間3：平成 年 月 日～平成 年 月 日
	立体構造解析 パイプ ライン	・ 発現確認 ： 利用回数 回
		・ フォールド判定 ： 利用回数 回
		・ 大量調製 ： 利用回数 回
・ 構造決定 ： 利用回数 回		
利用満足度 (複数選択不可)		()大いに満足、()ほぼ満足、(○)やや不満、 ()大いに不満

成果の概要	実施内容	※実際に行った作業の概要について記載してください。 日本電子製 400MHz の固体 NMR 装置を用いて、リチウム電池に用いられる正極材料の ^7Li の MAS-NMR を測定した。 正極材料はリチウムと遷移金属の複合酸化物であり、今回は遷移金属種の配合の異なる 4 種類のサンプルを、LiCl を標準としてケミカルシフトを測定した。
	本課題により得られた成果、当初目標と結果との比較	※本課題実施の結果得られた成果および当初目標に対する達成度などについて記載してください。 正極材料は遷移金属の磁性の影響で幅広いスペクトルとなるが、正極材料としてコバルト、ニッケルを主体とするものは比較的シャープなスペクトルを示し、標準とした塩化リチウムと同程度のケミカルシフトになった。これに対して、マンガンを主成分とする材料ではスペクトルがブロードになると共に塩化リチウムに対して大きな低磁場シフトとなった。 マンガンによる固体 NMR のケミカルシフトの影響は報告されていたが、他の金属系ではそれ程大きな影響がないことが確認できた。また、コバルトは磁性材料であるが評価した材料中では最も感度の良い ^7Li NMR シグナルを与えることが分かった。

	今後の展開、課題	※本課題の結果を踏まえた今後の展開方針および目的達成に向けた今後の課題などについて記載してください。 未定

社会・経済への波及効果の見通し	基礎的なケミカルシフトの検討であり波及効果は不明
成果公開延期の希望の有無	() あり : (○) なし 「あり」の場合理由:
理研 NMR 施設利用における感想	※本施設を利用して良かった点、改善してほしい点、提案事項など、施設利用の感想を記載してください。 常に良好な状態に装置が維持されているのでとても利用しやすい環境であった。 幅広いバンドに対応したプローブが揃っていて、予定外であったコバルトやマンガンの測定もトライすることができ、参考になった。
利用周辺環境に関する希望	試料の前処理などが行える実験台の様なものが使えると便利だと感じました。
今後の利用形態の予定	() 再度本事業への申請を考えている。 () 成果の非公開を前提とした「外部利用」(有料)を考えている。 () その他理研との共同研究等を考えている。

	具体的に： (○)未定
今後期待するその他のサービス	(○) NMR 装置利用の教育（これまで NMR を使用した経験の無い方に対する教育も含む） () NMR 装置利用の技術的なサポート (○) その他 具体的に：プローブを改良しての In-Situ 実験などできれば良い。
文部科学省の共用ナビ （研究施設共用総合ナビゲーションサイト） に対する感想・改善について	(http://kyoyonavi.mext.go.jp/) () 見た : (○) 見ていない 感想等：
その他	(上記の項目以外でご意見等お願いします。)

本報告書については、印刷または必要な編集・加工を行った上で公開します。また、別途開催予定の成果報告会・シンポジウムや委託事業報告書作成時において、本報告書の内容についての資料作成または発表をお願いする場合があります。